

THE UNITED STATES

USADA 0258

USADA 0259

FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES

N° de laboratoire :

178 107

N° échantillon :

395 476

Produit(s) confirmé(s) :

Testostérone / Epitestostérone

pH mesuré en conf :

5,18

Densité affichée en conf :

1,025

Réfractomètre n° :

2

* Densité corrigée :

1,025.

Essai n° :

EC

Version :

Mode opératoire de préparation :

M-EX-

Mode opératoire d'analyse :

M-AN-

Version :

CG/SM (SCAN)

CG/SM (SIM)

CG/SM2

CG/SM3

CL/SM

CL/SM2

CL/SM3

CL/UV

IMM

EPO

CG/C/IRMS

Cytométrie

Essai n° :

EC 24D

Version :

Mode opératoire de préparation :

M-EX- 04 B

Version :

Mode opératoire d'analyse :

M-AN- 27

Version :

CG/SM (SIM)

CG/SM (SCAN)

CL/SM (SIM)

CL/SM2

CL/SM3

CL/UV

Concentration estimée:

T = 61,7 mg/ml // E = 5,7 mg/ml // TIE = 11

* Concentration corrigée :

Testo : 45.3 ng/ml Epi : 1.9 ng/ml

Essai n° :

Version :

Mode opératoire de préparation :

Version :

Mode opératoire d'analyse :

M-AN-

CG/TSD

CG/SM (SIM)

CG/SM (SCAN)

IMM

Concentration mesurée:

* Seuil corrigé :

ES02 -BBS (CG-SM)

ES08 -HES (CG/SM)

ES06 - IMM

ES02C -EPH (CG/SM)

ES08B -PS

ES07 -EPO

ES03 -CD (CL/SM)

ES03B -LCH (CL/SM/SM)

ESS01 - HBOCs

ES04 -H (CG/SM)

ES05 -MS2 (CG/SM/SM)

ESS02 - TS

ES03C -LCH (CL/SM)

Code opérateur de l'analyste :

23

Code opérateur du responsable :

18

Date et paraphe :

04/08/06

Date et paraphe :

04/08/06

Hors portée d'accréditation :

Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

USADA 0260

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether étapes en gris clair	Hydrolyse étapes en trait épais	Extraction - évaporation - dérivation étapes en trait normal
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Préparation échantillon toutes

Tube à vis (13*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Préparation échantillon et ether

Dispensette
Rolling

Diethylether (S06)

Centrifugeuse

Centrifugeuse 4000tr/min

APPLICABLE le

Récupération phase sèche

Pipette Pasteur
Poire de prélèvement

01 DEC. 2005

Température bain à sec

Bain à sec

Azote

SPECIMEN

Assemblage des réactifs

Becher

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Prise d'essai = 2 mL

Tube échantillon Gilson (12.5*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Ajouter 50µL de SI

Pipette à poussée positive
Cône eppendorf17aMethyltestosterone
(SI3-) à 4mg/L

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références

Pipette à poussée positive
Cône eppendorf

Ajuster à pH =7

Papier pH 0-14
Vortex

Flacon compte gouttes
K2CO3 et CH3COOH

Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5

Pipette Biohit 1-5mL, cône

Tampon pH=6.5 à +4°C
(cf M-P-05)

Agiter

Vortex

Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser

Compte gouttes

betaglucuronidase à
+4°C (b-glu)

Boucher et agiter 1 sec

Vortex

Hydrolyser 60 min à 55°C

Etuve

Centrifuger 5 min

Centrifugeuse 4000tr/min

Extraire sur SPE GILSON
selon I-EX-11 (application anabo)

Gilson
Cartouche SPE C18
Tube recueil Gilson (12.5* 100)

Transvaser les éluats

Tube à vis (13*100)

Evaporer environ 30 min

Bain à sec à 60°C, soufflettes

Azote

Dériver en tube fermé
20 min à 60°C avec 50µL de réactif H

Bain à sec à 60°C
Seringue Hamilton 100µL

Réactif H2 (cf M-P-03B)

Conditionner en vial plastique
préalablement identifiés selon I-
TRAC-03A

Vial plastique

SPECIMEN

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 3 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

HISTORIQUE DES CHANGEMENTS			
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	<i>Espercial</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	<i>Nathalie</i>
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	<i>Aurélie</i>
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	<i>Jacques</i>

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E- INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote ecbantillon ...	01/12/2005

SPECIMEN

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03A Version : M Date : 13/09/2005
------	----------------	---

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC

Echantillon : 178/07 395474 Mode opératoire d'extraction : M-EY-04B

Date	Appareil	Température en °C	Valeur affichée	Paraphe
03/08/06	pHmet n° : 7	21,8	5,18	<i>(1)</i>
03/08/06	Refract n° 2		1,025	<i>(1)</i>

Date de mise à l'ambiant de l'échantillon 03/08/06 Heure de mise à l'ambiant : 9H12

Prise d'essai PE : 2 mL Heure de la PE : 11H05 Paraphe : *(1)*

Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)	Vol eau ajouté (en mL)
Echantillon		1/1	2 mL	/
Blanc	45	1,022	2 mL	/

Substance (TP, REF, SI ...)	Code sol ref	Conc sol ref	Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en µg/mL					
			1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
SI : methyltestosténe	SI 3-046-7	4 mg/L	50						100					
Testosténe	H10-035-2	1 mg/L	4						2					
Epitestosténe	H7-032-1-1	1 mg/L	4						2					
Testosténe	H10-034-1	10 mg/L	6						30					
Epitestosténe	H7-033-1-1	1 mg/L	10						5					
Testosténe	H10-035	100 mg/L	3,6						180					
Epitestosténe	H7-032-2	10 mg/L	6						30					
Testosténe	H10-034	100 mg/L	3,2						360					
Epitestosténe	H7-033-2	10 mg/L	12						60					

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	03/08/06	11H45	12H05		<i>(1)</i>
Evaporation	03/08/06	12H30	13H00	Bain à sec n° : à froid	<i>(1)</i>
Incubation	—	—	—	T (°C) :	
Mise à pH	03/08/06	13H05		Code tampon : T 150706-07	
Hydrolyse	03/08/06	13H10	14H10	Dlu enzyme : 01/09/06. Etuve n° : 5	23
Extraction	03/08/06	14H20	15H25	Dlu NH4OH : RT : Gilson n° : 1	<i>(1)</i>
Stockage	—	—	—	Lieu :	
Evaporation	03/08/06	15H30	16H00	Bain à sec n° : 17	<i>(1)</i>
Dérivation	03/08/06	16H05	16H25	Dérivation 1 Bain à sec n° : 13 Micro onde Code ou dlu du réactif 1 : 15/08/06. Dérivation 2 Bain à sec n° : Dlu réactif 2 :	
Evaporation				Bain à sec n° :	
Reprise					
Stockage				Lieu :	

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

Capillary Column
Model Number: Agilent 19091Z-002
HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
Max temperature: 350 'C
Nominal length: 25.0 m
Nominal diameter: 200.00 um
Nominal film thickness: 0.11 um
Mode: constant pressure
Pressure: 170.0 kPa
Nominal initial flow: 0.9 mL/min
Average velocity: 40 cm/sec
Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
Outlet pressure: vacuum

(not installed)

FRONT DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1
(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater
Description: Interface
Initial temp: 280 'C (On)
Initial time: 0.00 min
Rate Final temp Final time
1 0.0(Off)

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 2
(No Detectors Installed)

TIME TABLE

Time Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	0
Injection Volume	2.0 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u
Acquisition Mode : SIM

MS Information

Solvent Delay : 2.50 min
EM Absolute : False
EM Offset : 400
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1
Group ID : 1
Resolution : Low
Plot 1 Ion : 301.3
Ions/Dwell In Group : (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
: (209.3, 50) (301.3, 50) (327.3, 50)
: (341.3, 50) (417.3, 50) (431.3, 50)
: (432.4, 50) (446.4, 50) (522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Thu Aug 03 14:52:27 2006

Page: 39

USADA 0267

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quanti T/E

Calibration Last Updated: Thu Aug 03 09:24:50 2006

Reference Window: 2.00 Minutes

Non-Reference Window: 1.00 Minutes

Correlation Window: 0.10 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) Methyltestosterone

(ISTD TR)

Ret. Time 20.90 min., Extract & Integrate from 20.40 to 21.40 min.

Lvl	ID	Conc (ng/mL)	Response
1		100.000	4741732
2		100.000	3738708
3		100.000	4816134

ISTD conc: 100.000 ng/mL

Curve Fit: Linear

2) Epitestosterone

()

Ret. Time 18.49 min., Extract & Integrate from 17.99 to 18.99 min.

Lvl	ID	Conc (ng/mL)	Response
1		5.000	129729
2		30.000	534747
3		60.000	1904191

Curve Fit: Linear, forced through origin

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No
Printer: Yes
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality
DEMO.L 0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No
Printer: Yes
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes
Printer: No
File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Page: 41

USADA 0269

Quantification du rapport T/E
Calibration Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) Methyltestosterone (ISTD TR)
Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
Tgt 301.30 man27.e

Lvl ID Conc (ng/mL) Response
1 100.000 3782021
2 100.000 3011193
3 100.000 3783290

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL
Curve Fit: Linear

2) Epitestosterone ()

Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID Conc (ng/mL) Response
1 5.000 294592
2 30.000 1324358
3 60.000 3442296

Qualifier Peak Analysis ON
Curve Fit: Linear

3) Testosterone (TR)

Ret. Time 19.30 min., Extract & Integrate from 18.80 to 19.80 min.

Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
Tgt 432.40 man27.e

Lvl ID Conc (ng/mL) Response
1 30.000 1845917
2 180.000 7860237
3 360.000 20557109

Qualifier Peak Analysis ON

Method: MAN27.M

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Page: 42

USADA 0270

Curve Fit: Linear

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Method: MAN27.M

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Page: 43

USADA 0271

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\0308.S

Comment:

Operator: 23

Data Path: D:\Msd20\août06\0308\

Pre-Seq Cmd:

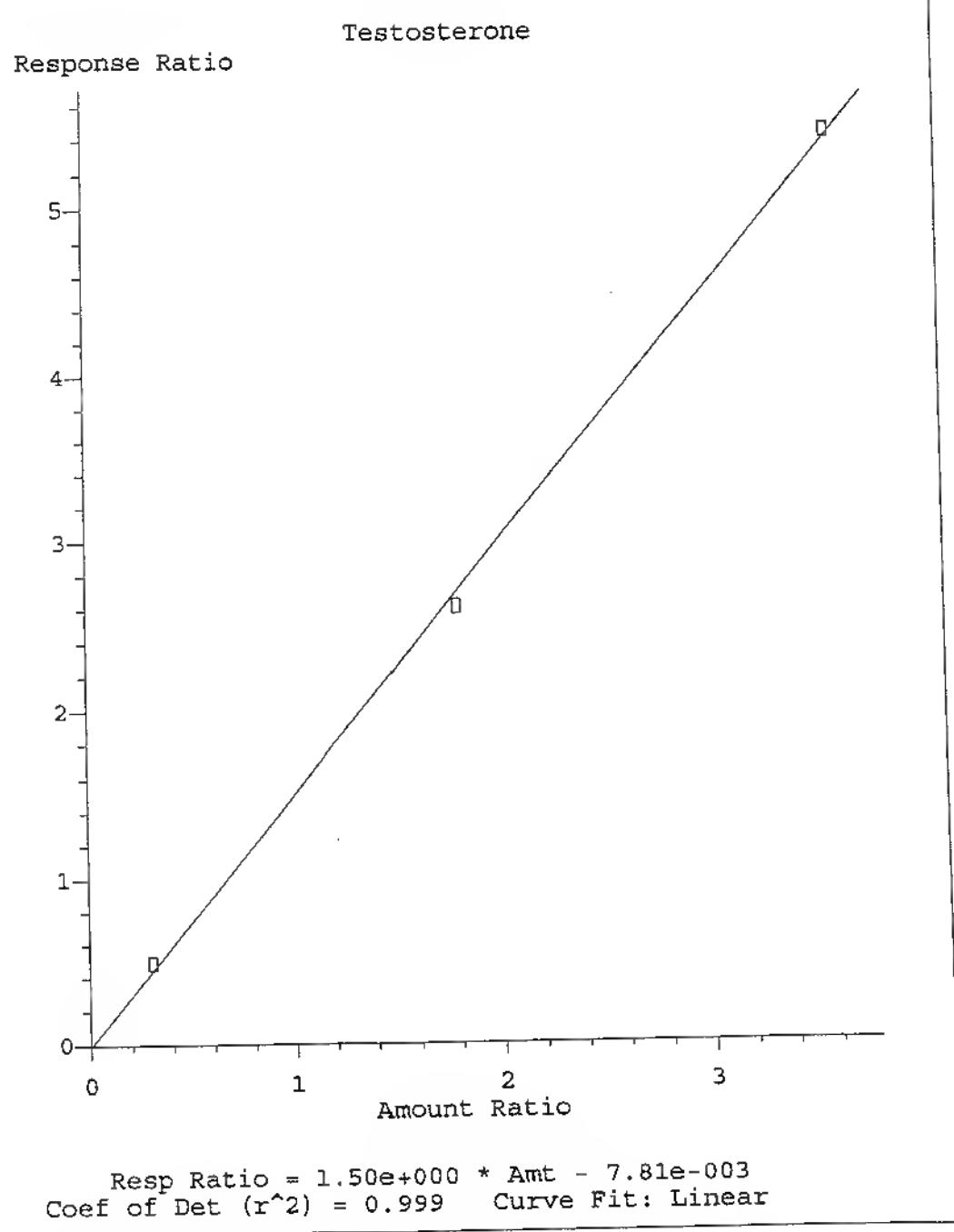
Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch
(X) Full Method (X) Inject Anyway
() Reprocessing Only () Don't Inject

Line	Type	Vial	DataFile	Method	Sample Name
1	Sample	1	R1	MAN27	itms
2	Sample	2	TPTE	MAN27	TP TE 2
3	Sample	1	R2	MAN27	itms
4	Sample	3	BLUTE	MAN27	BLU TE
5	Sample	4	1780774A	MAN27	B 178/07 995474 TE
6	Sample	5	1780774B	MAN27	B 178/07 995474 TE
7	Sample	6	1780774C	MAN27	B 178/07 995474 TE
8	Sample	7	1780774S	MAN27	B 178/07 995474 ssh TE
9	Sample	1	R3	MAN27	itms
10	Sample	8	BLURTE	MAN27	BLU TE
11	Sample	9	REF1TE	MAN27	BLU + T30 E5
12	Sample	10	REF2TE	MAN27	BLU + T180 E30
13	Sample	11	REF3TE	MAN27	BLU + T360 E60
14	Sample	12	CQTE	MAN27	CQ TE 001

Séquence vérifiée par : 23

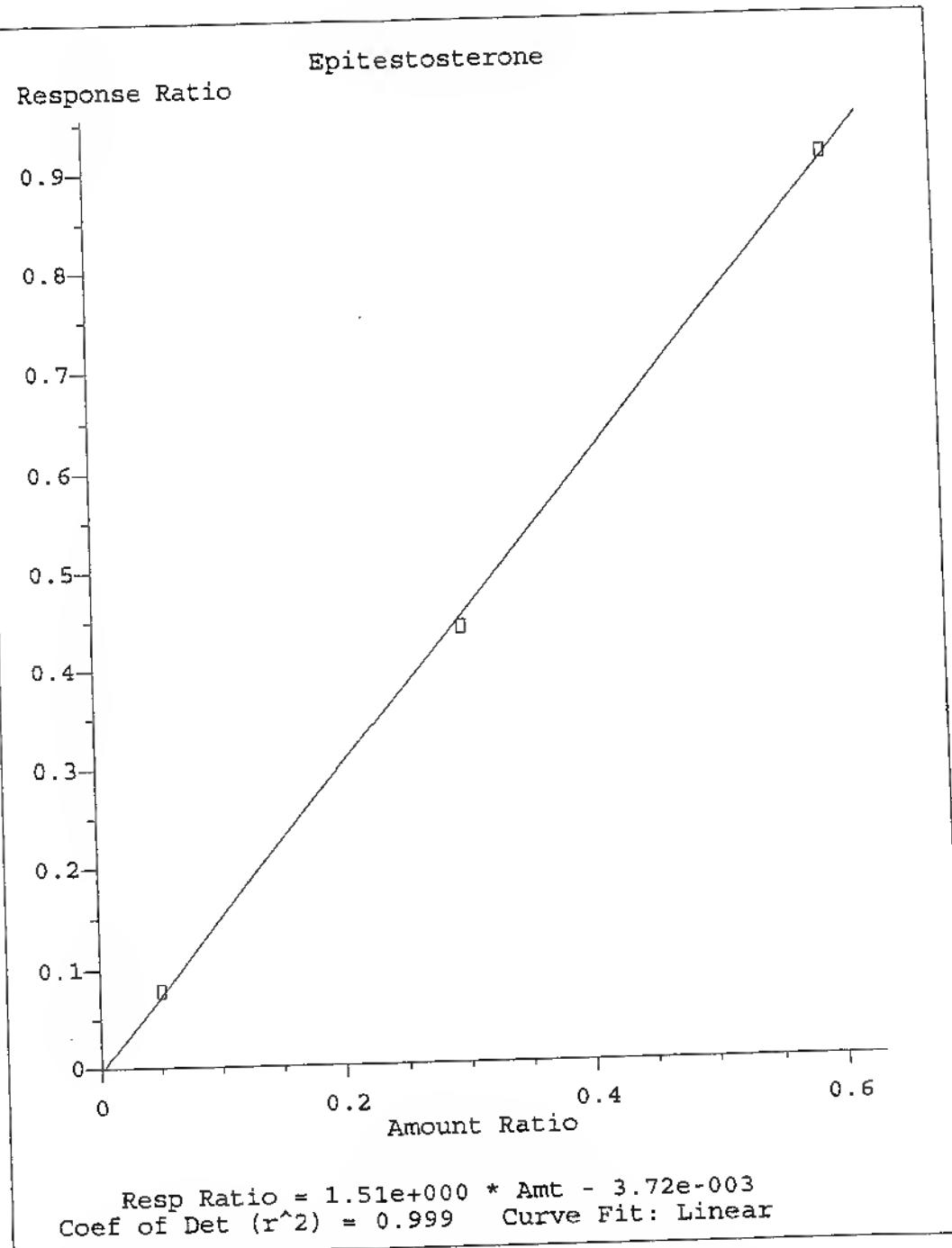
Remarques :



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

USADA 0273

45

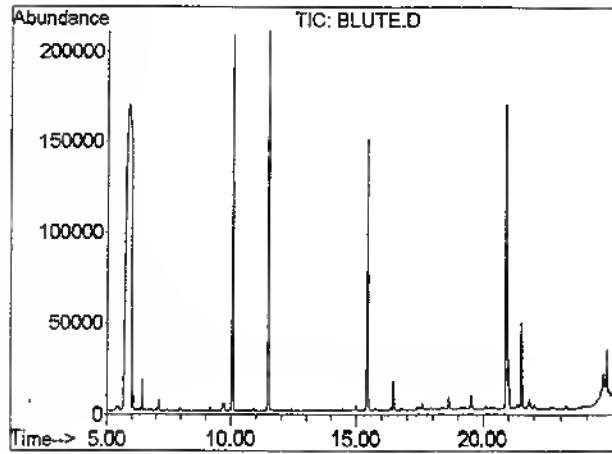


Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

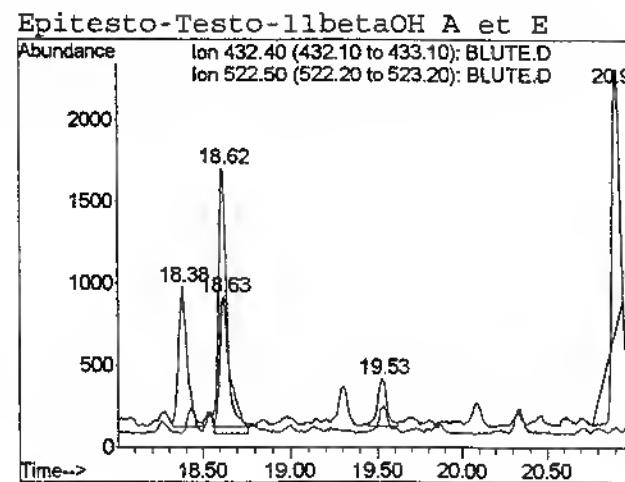
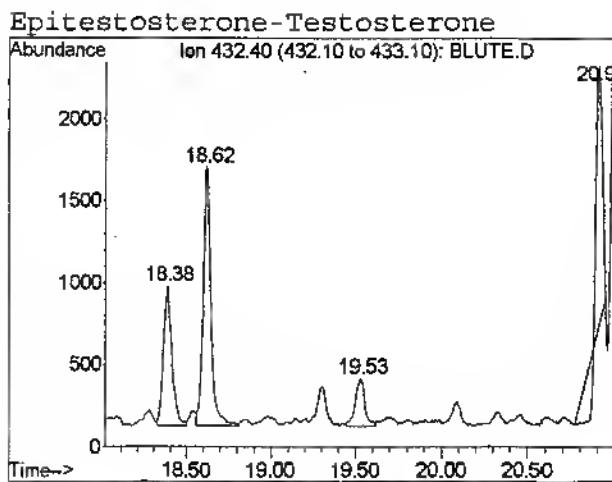
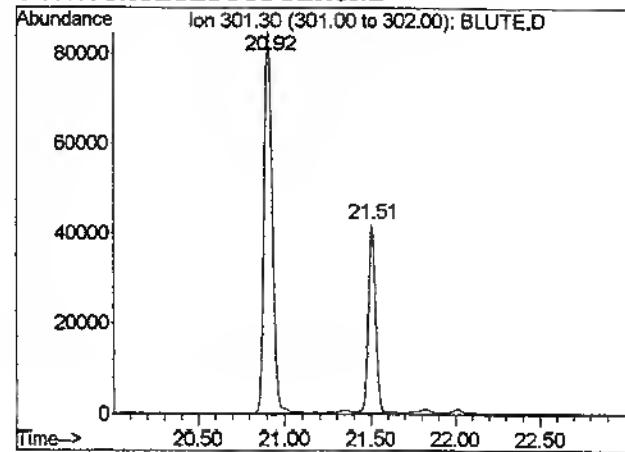
USADA 0274

File: D:\Msd20\acout06\0308\BLUTE.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 18:12
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: BLU TE
 Misc Info:
 Vial Number : 3

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone

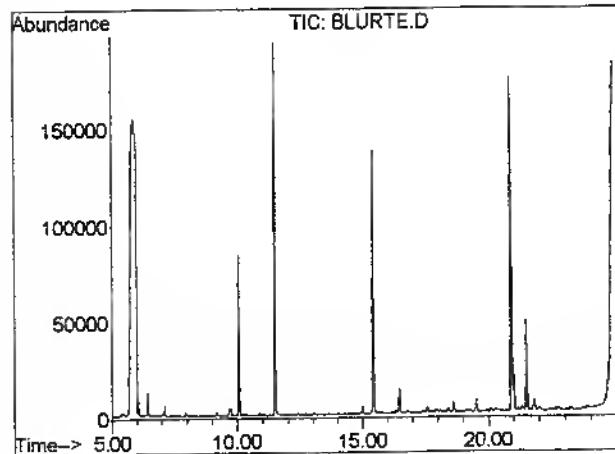


SI:METHYLTESTOSTERONE

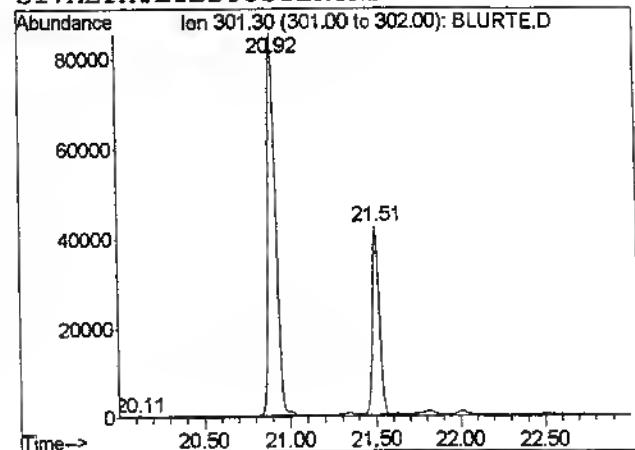


File: D:\Msd20\acut06\0308\BLURTE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 21:18
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU TE
Misc Info:
Vial Number : 8

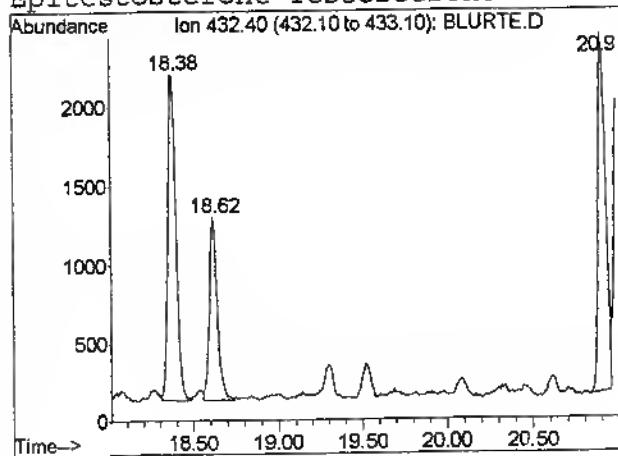
Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



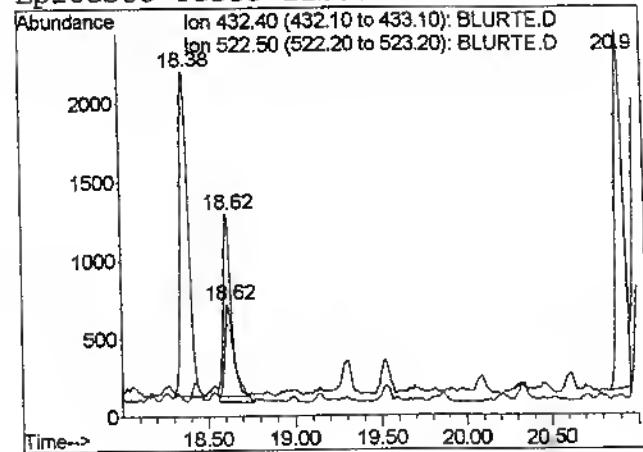
SI: METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone

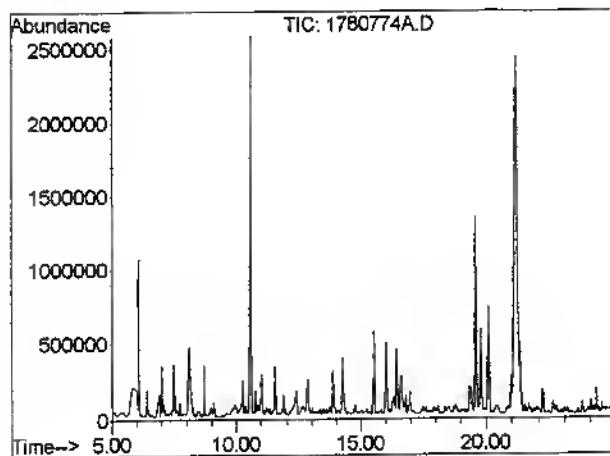


Epitest-Testo-11betaOH A et E

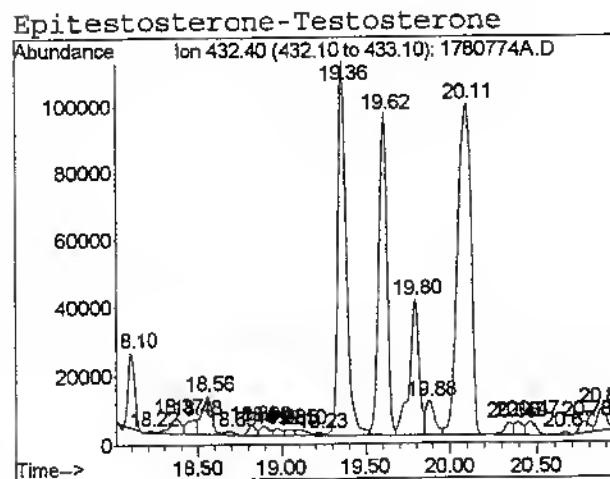
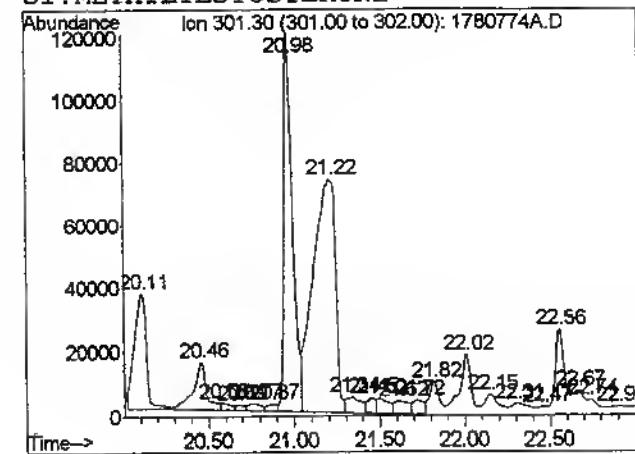


File: D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774A.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 18:43
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 TE
 Misc Info:
 Vial Number : 4

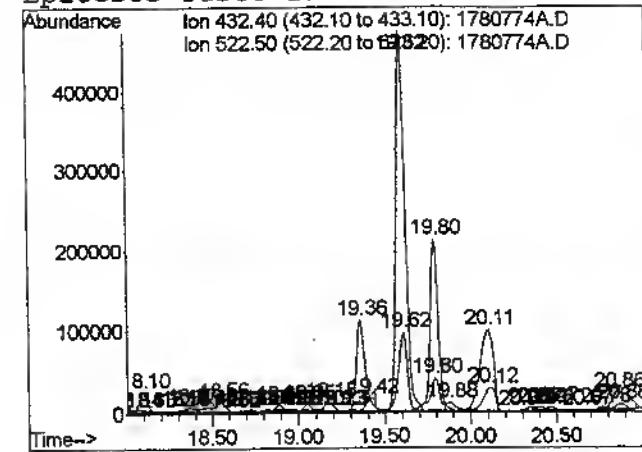
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



SI : METHYLTESTOSTERONE



Epitest-Testo-11betaOH A et E



Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
Data File Name 1780774A.D
Operator 23
Date Acquired 8/3/2006 18:43
Acq. Method File MAN27
Sample Name B 178/07 995474 TE
Vial Number 4
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

<u>#</u>	<u>Peak Type</u>	<u>Ret Time</u>	<u>Signal</u>	<u>Name</u>	<u>Target Response</u>	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.98	301.3	Methyltestosterone	3971127	100.00	ng/mL
2)	*	18.56	432.4	Epitestosterone	342595	5.94	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3733052	63.15	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
10.9	10.6

Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
Data File Name 1780774B.D
Operator 23
Date Acquired 8/3/2006 19:14
Acq. Method File MAN27
Sample Name B 178/07 995474 TE
Vial Number 5
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

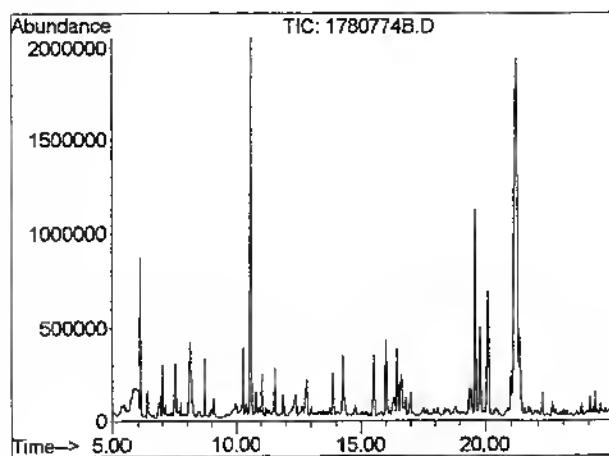
<u>#</u>	<u>Peak Type</u>	<u>Ret Time</u>	<u>Signal</u>	<u>Name</u>	<u>Target Response</u>	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	3356149	100.00	ng/mL
2)		18.57	432.4	Epitestosterone	279871	5.75	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3079122	61.64	ng/mL

Calcul du rapport T/E

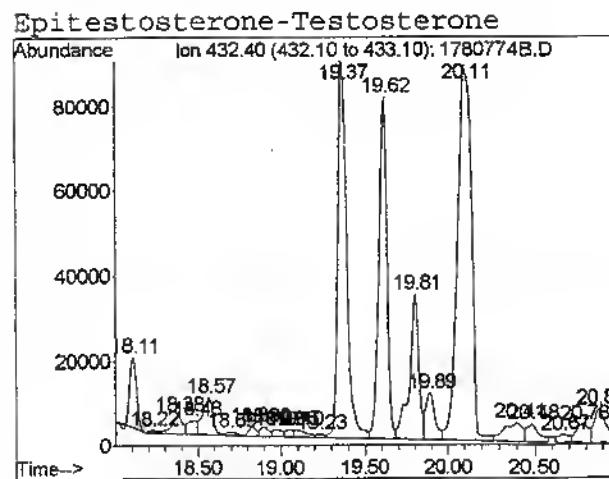
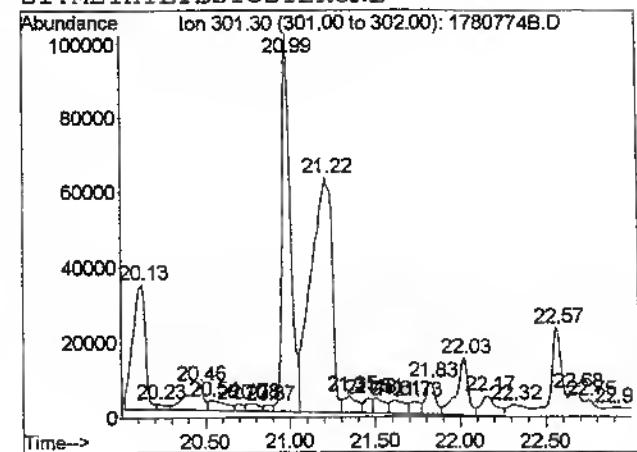
Surface Concentration
 11.0 10.7

File: D:\Msd20\aoout06\0308\1780774B.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 19:14
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 TE
 Misc Info:
 Vial Number : 5

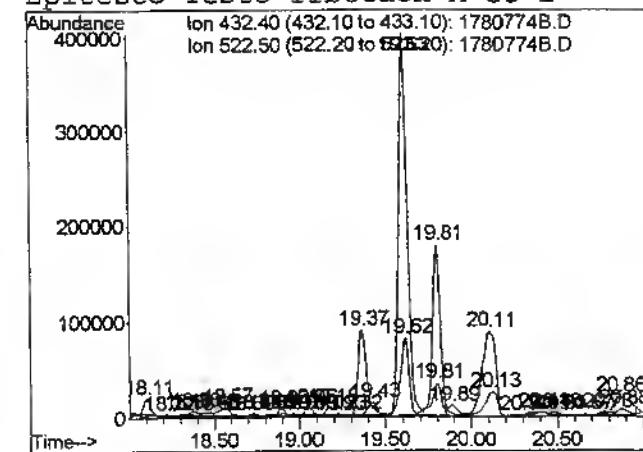
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



SI: METHYLTESTOSTERONE



Epitesto-Testo-11betaOH A et E



Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
 Data File Name 1780774.C.D
 Operator 23
 Date Acquired 8/3/2006 19:45
 Acq. Method File MAN27
 Sample Name B 178/07 995474 TE
 Vial Number 6
 Calibration Title Quantification du rapport T/E
 Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

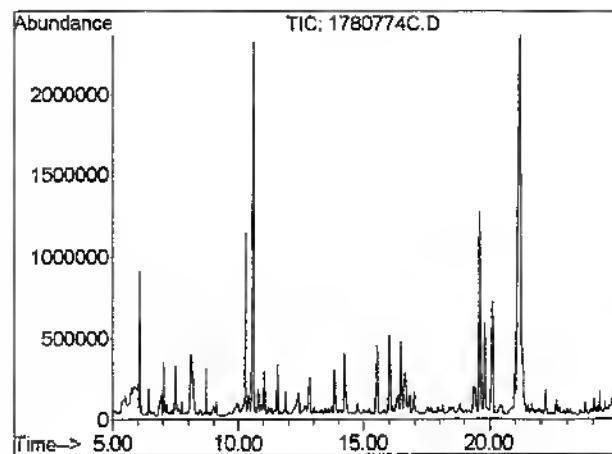
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	4098783	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	329392	5.55	ng/mL
3)	*	19.37	432.4	Testosterone	3670090	60.18	ng/mL

Calcul du rapport T/E

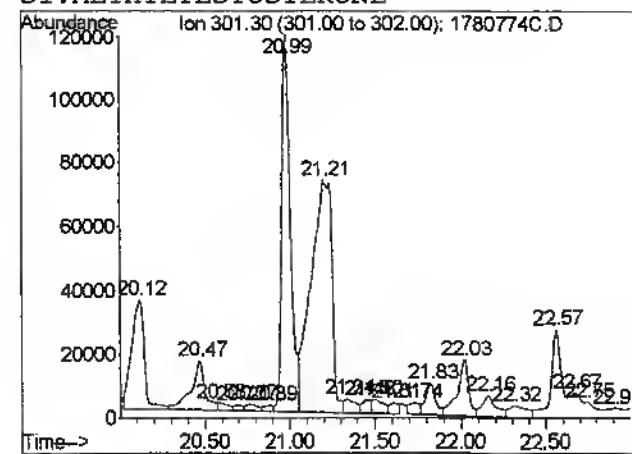
Surface Concentration
 11.1 10.8

File: D:\Msd20\aoout06\0308\1780774C.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 19:45
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 TE
 Misc Info:
 Vial Number : 6

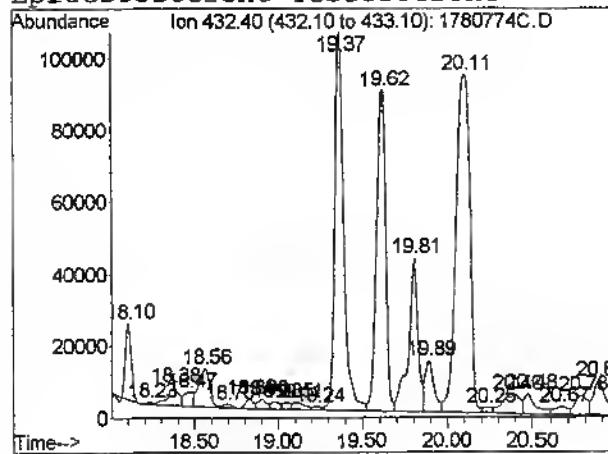
Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone



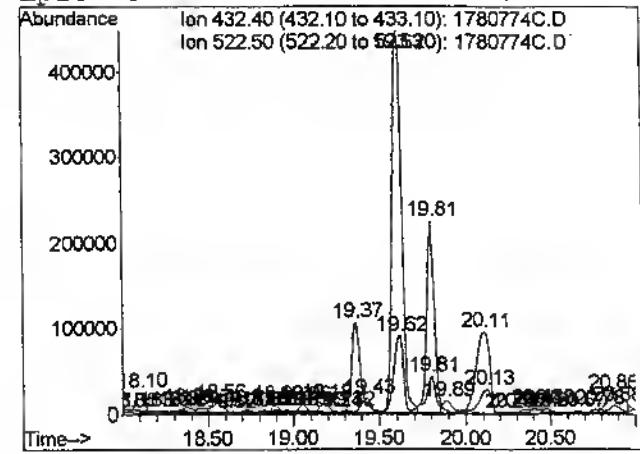
SI : METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone



Epitest-Testo-11betaOH A et E



Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\
Data File Name 1780774S.D
Operator 23
Date Acquired 8/3/2006 20:16
Acq. Method File MAN27
Sample Name B 178/07 995474 ssh TE
Vial Number 7
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

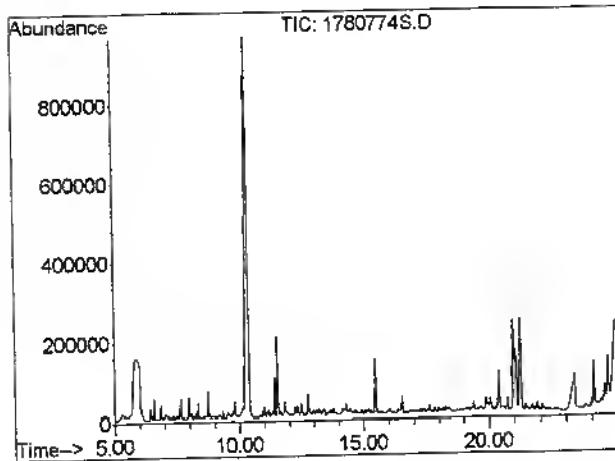
<u>#</u>	<u>Peak Type</u>	<u>Ret Time</u>	<u>Signal</u>	<u>Name</u>	<u>Target Response</u>	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.97	301.3	Methyltestosterone	3924981	100.00	ng/mL
2)		18.62	432.4	Epitestosterone	11645	0.44	ng/mL
3)	*	19.38	432.4	Testosterone	41499	1.22	ng/mL

Calcul du rapport T/E

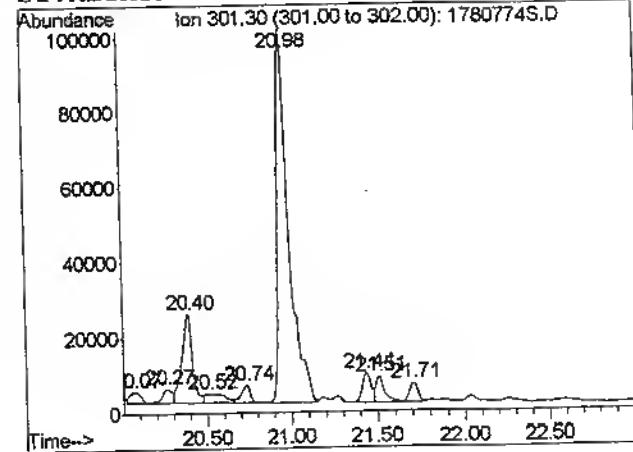
Surface	Concentration
3.6	2.8

File: D:\Msd20\acut06\0308\1780774S.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 20:16
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: B 178/07 995474 ssh TE
 Misc Info:
 Vial Number : 7

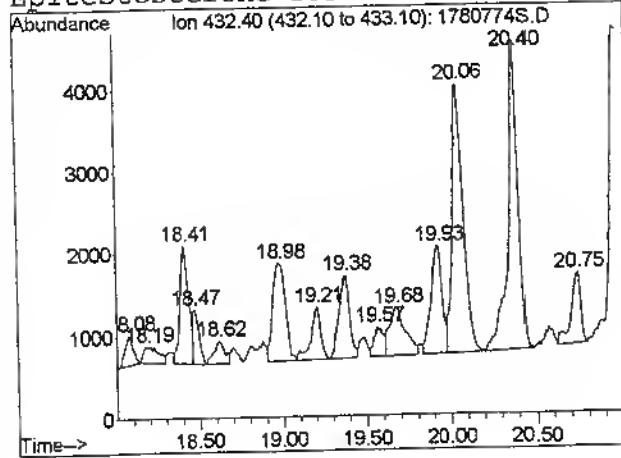
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



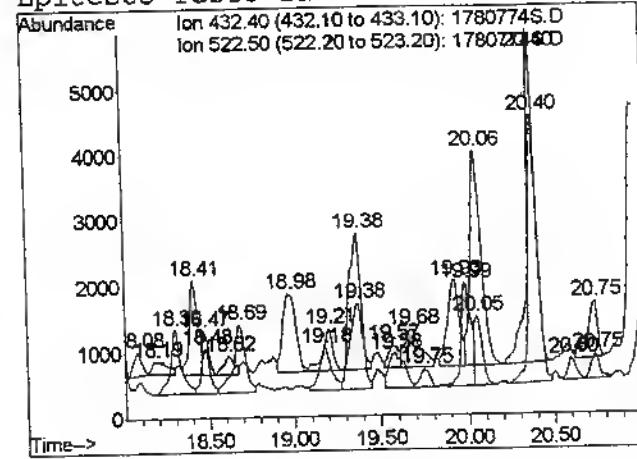
SI : METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone

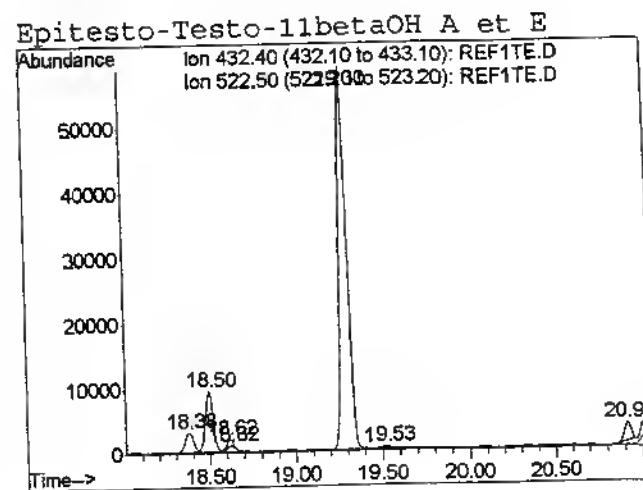
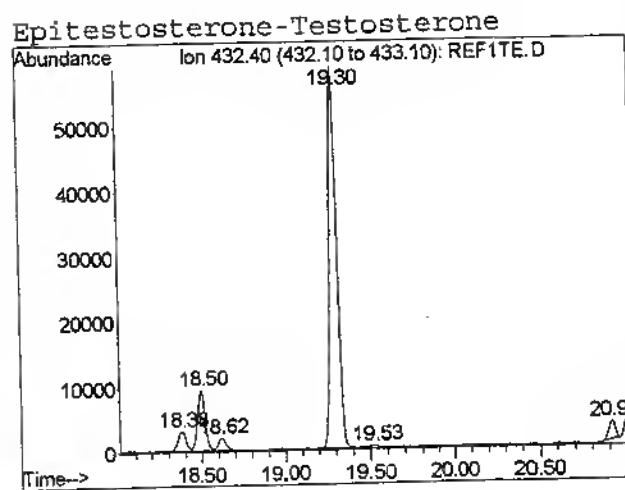
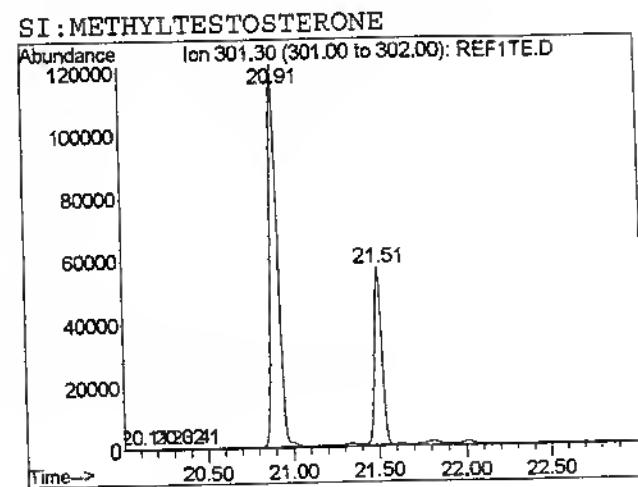
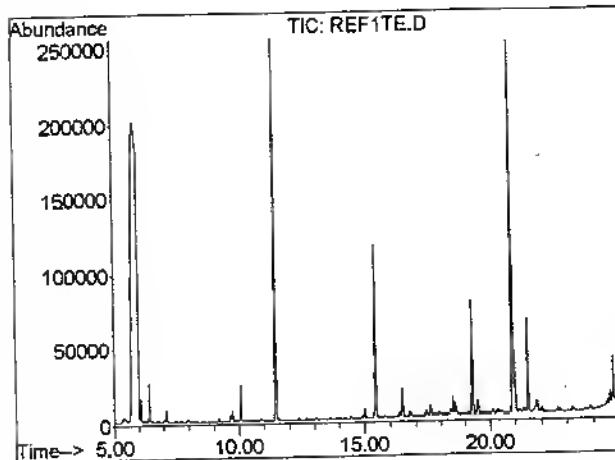


Epitesto-Testo-11betaOH A et E



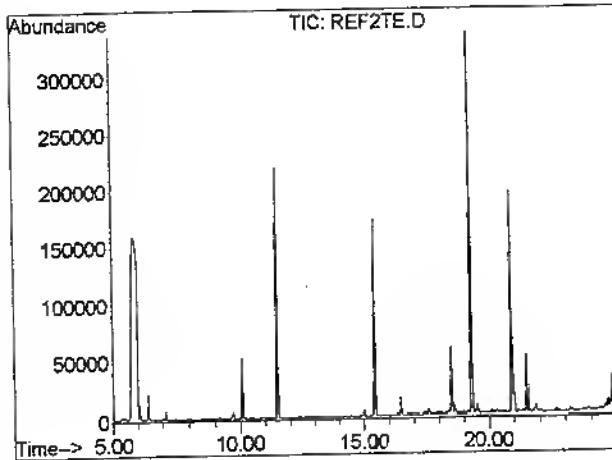
File: D:\Msd20\août06\0308\REF1TE.D
 Operator: 23
 Date Acquired: 3 Aug 2006 21:49
 Instrument: MSD 20
 Method File: MAN27
 Sample Name: BLU + T30 E5
 Misc Info:
 Vial Number : 9

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone

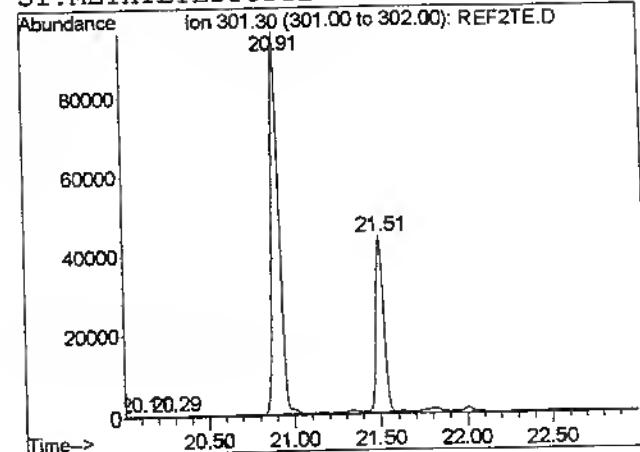


File: D:\Msd20\août06\0308\REF2TE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 22:20
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU + T180 E30
Misc Info:
Vial Number : 10

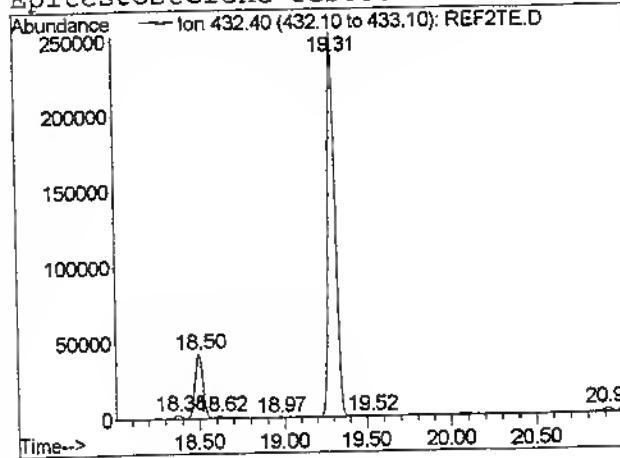
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



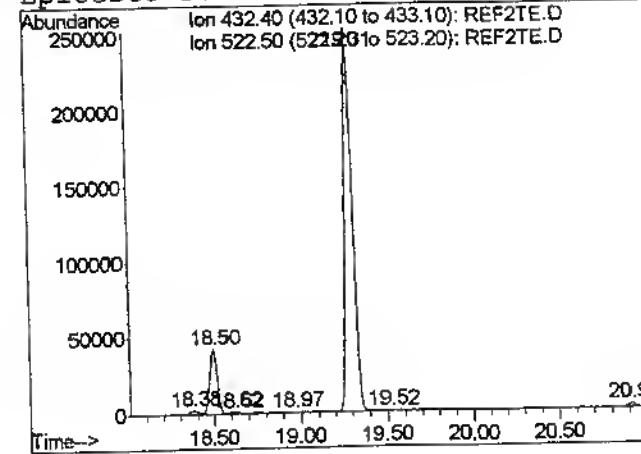
SI: METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone

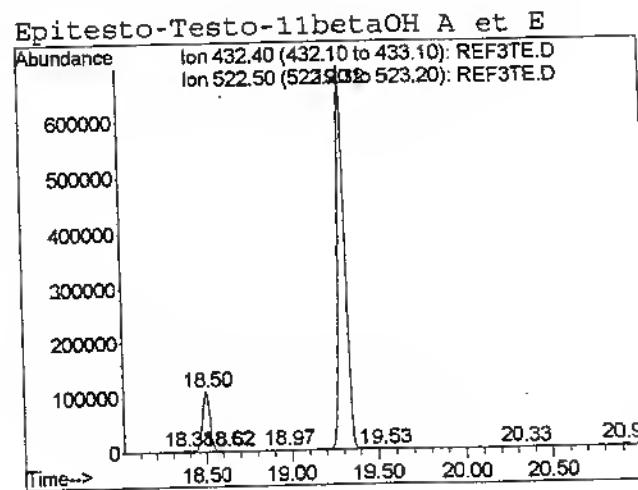
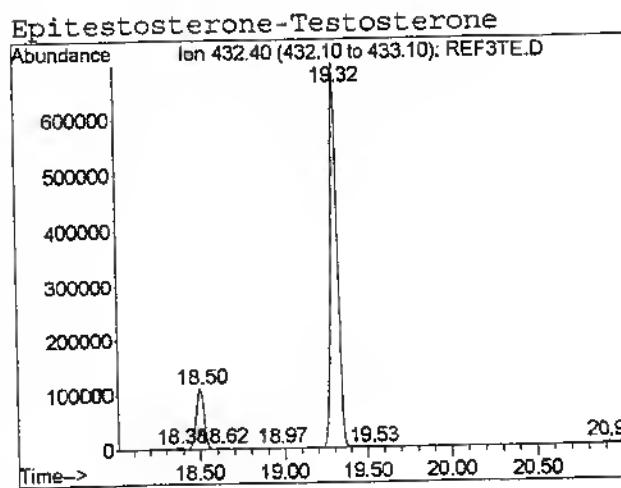
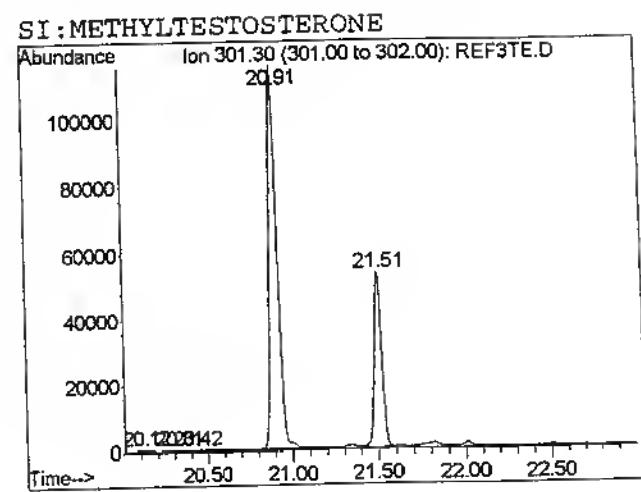
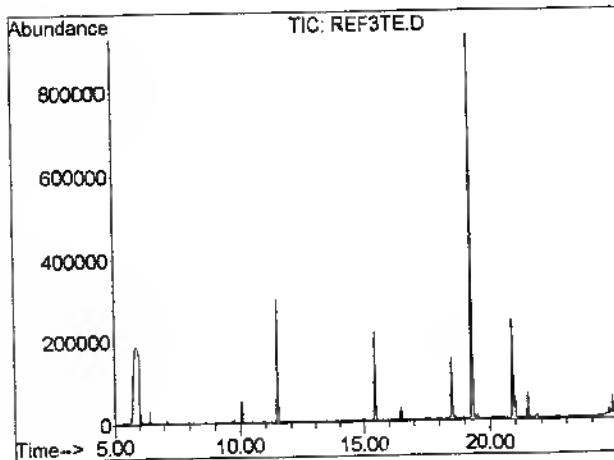


Epitesto-Testo-11betaOH A et E



File: D:\Msd20\aoout06\0308\REF3TE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 22:51
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: BLU + T360 E60
Misc Info:
Vial Number : 11

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



LNDD

ENREGISTREMENT

Code : E-FCR-04B2
 Version : A
 Date : 03/08/2006
 Page : 1/1

FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E (trois aliquotes)

Paraphe :

Echantillon :

478/07 994474

Dilution :

1/ 1

Ion de quantification Testo et Epitesto :

432

Ion de quantification SI :

301

Concentration de la référence 1 :

Testostérone:

30

Epitestostérone :

5

T/E théorique : 6

Concentration de la référence 2 :

Testostérone:

180

Epitestostérone :

30

T/E théorique : 6

Concentration de la référence 3 :

Testostérone:

360

Epitestostérone :

60

T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testostérone	Surface Epitestostérone
REF1 REF1TE	3782021	1845917	294592
REF2 REF2TE	3011193	7860237	1324358
REF3 REF3TE	3783290	20557109	3442296
1780774A	3971127	3733052	342595
1780774B	3356149	3079122	279871
1780774C	4098783	3670090	329392

RESULTAT DE L'ECHANTILLON

Fichier	Concentration Testostérone	Concentration Epitestostérone	Rapport T/E en surface
1780774A	63,2 ng/mL	5,9 ng/mL	10,9
1780774B	61,6 ng/mL	5,8 ng/mL	11,0
1780774C	60,2 ng/mL	5,6 ng/mL	11,1
Moyenne	61,7 ng/mL	5,7 ng/mL	11,0
Ecart type	1,5 ng/mL	0,2 ng/mL	0,1
Valeur finale	61,7 ng/mL	5,7 ng/mL	

Partie à remplir par le responsable

Seuil de déclaration du rapport T/E (en surface) : 4

Incertitude (liée à la méthode) pour le rapport T/E : 30% pour l'Epitestostérone : 30% pour la Testostérone : 20%

Valeur basse du rapport T/E : 7,7

Résultat :

Anormal :

Valeur haute du rapport T/E : 16,3

Inclassable : Négatif :

Correction des concentrations en Testostérone et Epitestostérone par la densité (cf doc E-INC-03) :

Densité affichée	1,095	PARAPHE E
Numéro du réfractomètre	9	
Densité corrigée :	1,025	
Facteur de correction	0,74	
Concentration corrigée de Testostérone	45,7 ng/mL	
Concentration corrigée d'Epitestostérone	4,9 ng/mL	

Ecart n° :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

60

USADA 0288

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification : E-CC-11

Version : B

Date : 08/03/2006

1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM
(screening et confirmation)

Numéro d'identification de l'appareil : MSD 20

Date : 03/08/06

1 - Source d'ionisation

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire
 Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%
 Repeller < 35
 Polaris Ion time > 2 ms

Qui	Non
✓	
✓	
✓	

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD 18/69 (H₂O), 28/69 (N₂), 32/69 (O₂),
 44/69 (CO₂) < 10%
 Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Qui	Non
✓	

Observations :

3 - Sensibilité

Screening Recal / Mix conforme
 Conf TP conforme - Fichier : TPT~~E~~
 TP conforme - Fichier :
 TP conforme - Fichier :

Qui	Non
✓	

Observations :

Code opérateur et paraphe :

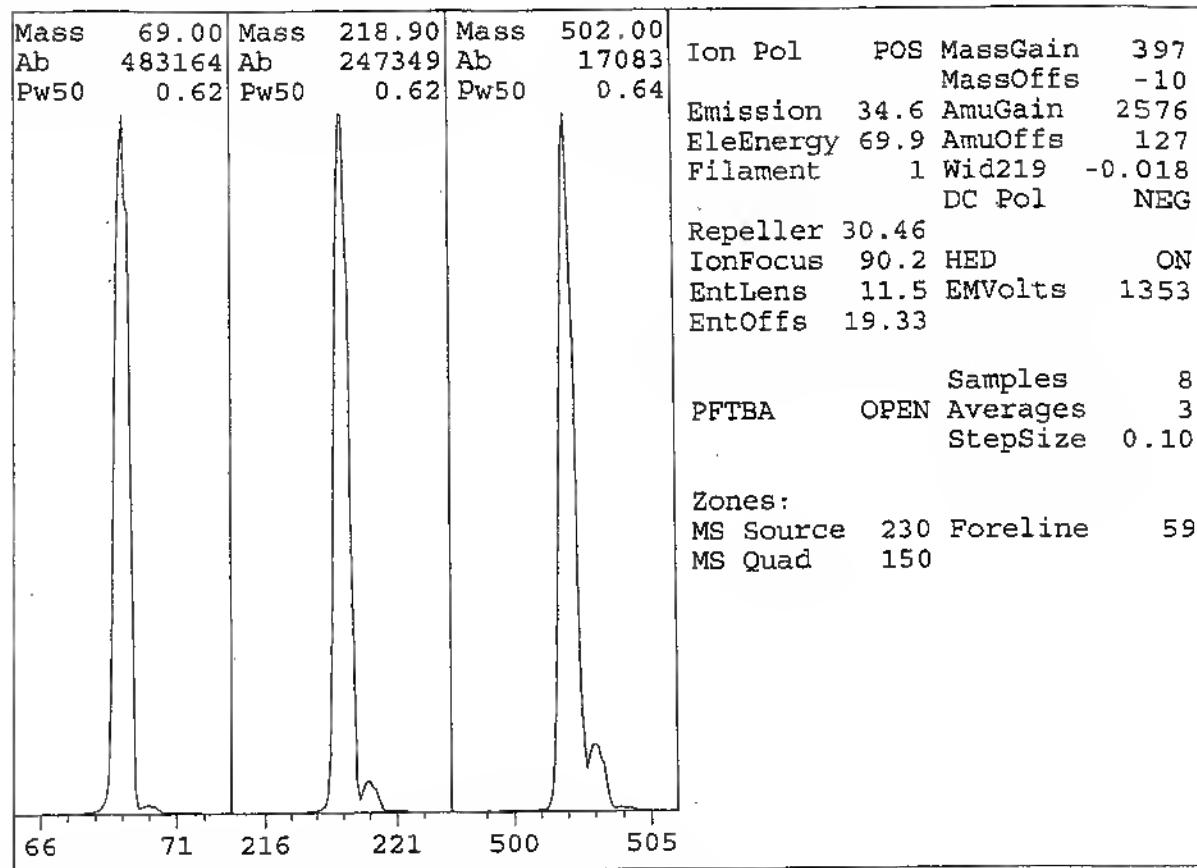
(23)  E

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

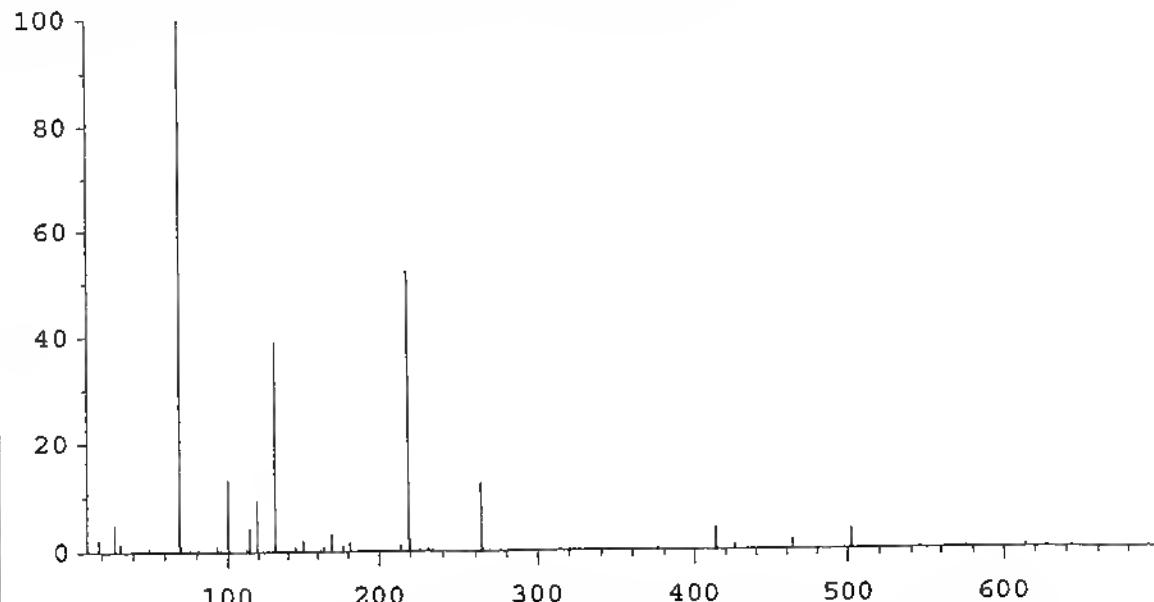
USADA 0289

Instrument: MSD 20
Thu Aug 03 16:00:37 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U



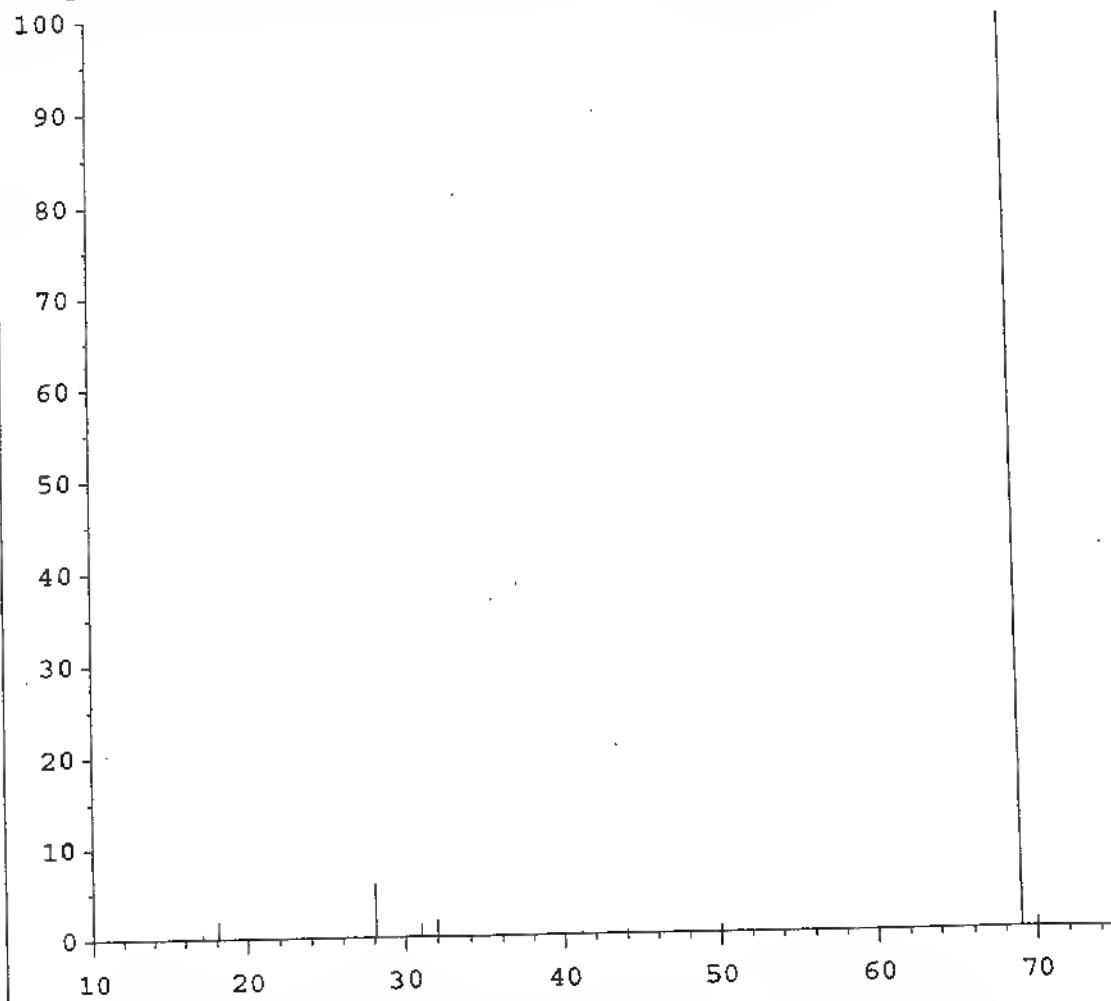
Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
 166 peaks Base: 69.00 Abundance: 439872



5973 Air and Water Check

Instrument: MSD 20
Thu Aug 03 16:05:12 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
64 peaks Base: 69.00 Abundance: 570752

Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	570752	100.00	70.00	6224	1.09
18.10	11166	1.96	19.00	68	0.61
28.10	33960	5.95	29.10	901	2.65

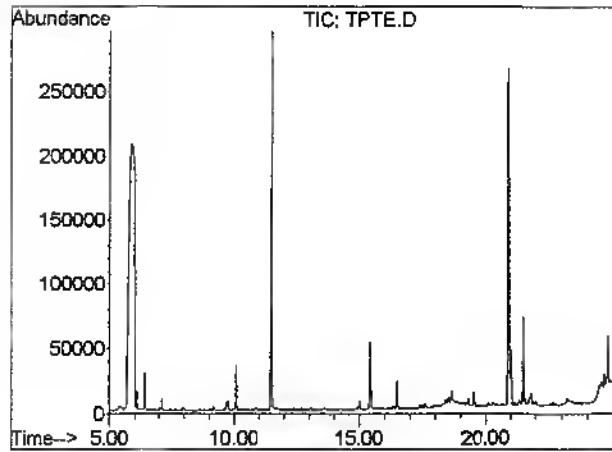
Current Params used:
Rep = 30.5 Entr = 19.33 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

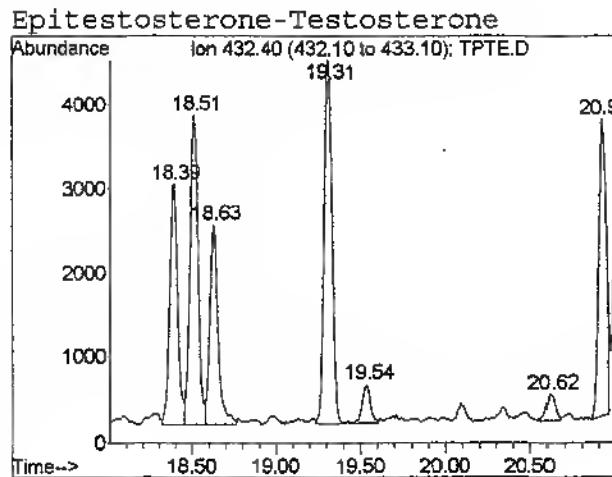
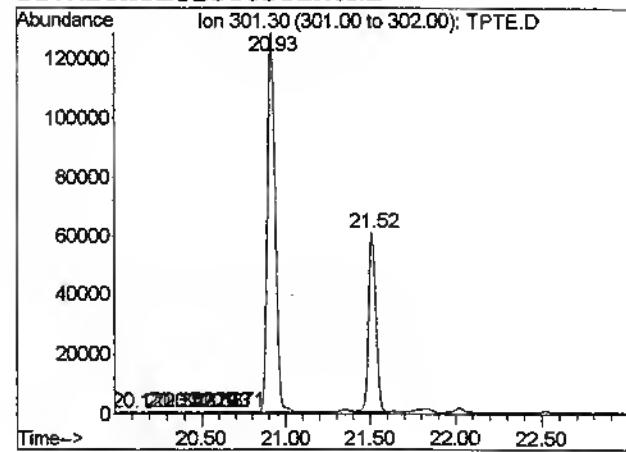
18/69 =	1.96	Water%
28/69 =	5.95	Nitrogen%
32/69 =	1.86	Oxygen%
44/69 =	0.40	Carbon Dioxide%
28/18 =	304.14	Nitrogen/Water%

File: D:\MSD20\AOUT06\0308\TPTE.D
Operator: 23
Date Acquired: 3 Aug 2006 17:10
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: TP TE 2
Misc Info:
Vial Number : 2

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



SI:METHYLTESTOSTERONE



Epitesto-Testo-11betaOH A et E

